

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-110445

(43)Date of publication of application : 10.05.1991

(51)Int.Cl.

G01N 15/08
B01D 65/10

(21)Application number : 01-248497

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 25.09.1989

(72)Inventor : TAKAGI YASUYUKI
OTANI SUMIO
YOKOTA MINORU

(54) COMPLETENESS TESTING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To detect a defect of the structural parts of a filter and a filter cartridge at high precision by measuring diffusion flow rate of pressure holding value at the pressure of at least two points in a range of $\leq 90\%$ value of a bubble point of the filter.

CONSTITUTION: Liquid such as water which is low in solubility of gas and small in diffusion coefficient and high in surface tension δ is utilized for test liquid. The contact angle of test liquid and a membrane is regulated to θ . The relation of radius (r) of a defect of a filter or a cartridge and the spray pressure P of test liquid is shown in $r = 2\delta \cos \theta / P$. Spray amount QL (ml/min) is obtained by an expression $QL = 15\pi d^4 \Delta P / 32L\eta$ in the case of (d) (μm) diameter of a defect, ΔP (bar) differential pressure, L(m) length of the defect and η (μpoise) viscosity of spray fluid. Accordingly, completeness can be tested at the pressures for two or more points of $\leq 90\%$ value of bubble, with the diffusion flow rate or pressure holding value and differential values between measurement points as an inspection standard point.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-110445

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)5月10日

G 01 N 15/08
B 01 D 65/10A 7005-2G
8014-4D

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 完全性試験方法

⑯ 特 願 平1-248497

⑰ 出 願 平1(1989)9月25日

⑱ 発 明 者 高 木 康 行 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内
⑲ 発 明 者 大 谷 純 生 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内
⑳ 発 明 者 横 田 稔 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内
㉑ 出 願 人 富士写真フィルム株式 神奈川県南足柄市中沼210番地
会社

明 細 書

1. 発明の名称 完全性試験方法

2. 特許請求の範囲

フィルターのバブルポイント値の90%以下
の圧力範囲で、二点以上の圧力における圧力降
又はプレッシャーホールド値を測定し、その測定値
及び測定点間の差分性を検査基準とするフィルタ
ーまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は流体の濾過に使用されるフィルターおよ
びフィルターカートリッジの完全性試験方法に関す
るものである。更に詳しくは精密濾過膜あるいは限
外濾過膜フィルターおよびフィルターカートリッジ
の完全性試験方法に関する。

ここでいうフィルターおよびフィルターカートリ
ッジは流体中に存在する微粒子や微生物を濾過除去
するもので、半導体製造工程、医薬品製造工程、食品
・飲料水・アルコール飲料等の製造工程等で用いら
れるものである。

(従来の技術)

上記の如き分野で用いられるフィルターおよびフ
ィルターカートリッジは、それぞれの分野の製造工
程での目的により様々なものが用いられているが、
技術的に重要な役割を果しているものは10μm以下
通常は1μmないしは0.1μmの単位の大さきの微
粒子や微生物を捕集除去する精密濾過膜や生物反応
生成物や蛋白質の加水高分子物質の一定の分子量以
上のものの濾過を許さない限外濾過膜を用いたフィ
ルターあるいはフィルターカートリッジである。こ
れらフィルターあるいはフィルターカートリッジは
医薬品製造工程や食品・飲料水・アルコール製造工
程では直接製品ないしは半製品の濾過や、製品成分と
なる流体の濾過、工程冷却水の濾過等に使用される。
この濾過機能を担う濾過膜は微多孔性で、その内部
に微細な空隙を有したスポンジ構造ないしは膜の一
面は空隙を有する層で他面が緻密な膜を有する構造
であり、その空隙率は最大90%となるものもある。
ここで言うフィルターカートリッジとは、濾過用微
孔領域をブリーツ状に加工して折り目をつけ、この

特開平 3-110445(2)

ブリーフ折り目を平行にした方向に流さきを行った円筒状の透過膜造液体を用いたブリーフ型フィルタ—カートリッジや、流液通路を有する平板状の支持体の上下両面に透過膜を接合させた透過ユニットを複数してなる同質異質型フィルタ—カートリッジなどを挙げることが出来る。このようなフィルタ—あるいはフィルタ—ユニットの用途においては透過原液の中に含まれる微生物や微粒子の透過膜側の側液は許されない。もし透過液側に微生物や微粒子が存在すると有害な医薬や食品製品を製造することになる。特に新生物の場合、ほかに種々の微生物が混染した場合でも保存中或いは運搬中に増殖し、新しい種の菌をきび医薬品や食品となってしまう。このような医薬品や食品は、人体に有害であることは言うまでもない。またバイロジェン物質の如き発熱性微菌が透過液側に混入するとこれら医薬品等を投与した場合に発熱するという重大な事故となる。このような事を防止するためにフィルタ—およびフィルタ—ユニットの製造業者は綿密な製造工程管理や品質管理を行っている。それに加えてフィル

クローおよびフィルターカートリッジの使用も使用の頻と数に使用しようとしているフィルターなしはフィルターカートリッジが微生物や微粒子を捕集阻止する性能が目的とする水場であることを確認する。このは生物や微粒子を捕集阻止する性能を試験する方法が完全性試験 (Integrity Test) である。

完全性試験の方法は大きく分類すると図33の3つの方法が件われており、それぞれは(1)バブルポイント法、(2)自然鼓泡法、(3)ブレッシャーホールド法である。これらいずれの方法も原理は試験するフィルターあるいはフィルターカートリッジの透過膜に液体（試験液）を充填しこの試験液を含む膜の一次側を二次側よりも大なる圧力の気体を負荷し、この気体の二次側への流れの移動ないしは流量を測定しフィルターないしはフィルターカートリッジの重大な欠陥の存在を判定する。以下にさらに詳しく各々の試験方法について説明する。

(1) パズルポイント法

試験する建造物の二次側に液体（通常は水）アル

(ノール) を加え、一次側に気体を満たす。この圧力を漸次増大し、二次側に気泡が発生する圧力でフィルターあるいはフィルターカートリッジに存在する最大孔ないしは空隙の大きさを判断し、フィルターないしはフィルターカートリッジとしての捕集性の完全さを判定する方法である。一次側の圧力が小さい時は二次側の液体中には気泡が見られないが、圧力が一定の値を超えると透過側に存在する最大の孔あるいは透過膜、透過層とフィルターカートリッジ製品との接合部分に存在する空隙、フィルターカートリッジ製品等に存在する空隙等の内の最大孔ないしは空隙を通じて気泡が発生するのが観察される。この圧力をバブルポイントという。バブルポイントは気体の通過する孔ないしは空隙の大きさに比例している。従ってこの圧力から気体が通過してきた孔あるいは空隙の大きさを判断することができる。

巴川隆治 敬

フィルターないしはフィルターカートリッジの最も多孔性である透過膜の中に試験液を充満させ、試液の膜を形成する。一次引に気体を存在させ、圧力をか

けて二次側に流れてくる気体の量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジ中に存在する最大の見ないしは空隙の大きさを推定するものである。一次側の透過膜中の液体の表面では圧力が大きくなるに従って一次側の気体が液体に溶解する量は増大する。液体膜中に気体の不均勻配が生じ、溶解した気体は拡散により二次側に移動していく。一次側の気体の圧力が小さいときには透過膜を通じて二次側へ移動する気体の量は拡散によるものだけであるが、漸次圧力を大きくしていくと前述のバブルポイントに達し、この見ないしは空隙を通じて気体は比較的小さな凝集で粘性膜となり二次側に流れることが可能になる。すなわちこのバブルポイントに達すると急激に二次側に流れる気体質量は増大する。この二次側に流れる気体流量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジに存在する最大の見ないしは空隙の大きさを推定することができる。微粒子や凝結子を阻攔しない孔隙や空隙の大きさを予め決めておき、その値より計算される圧力以下の圧力で二次側に流れる気体

特開平3-110445(3)

流量が試験液のみであることを確かめてフィルターないしはフィルターカートリッジが目的の微生物ないしは微粒子の捕獲性を有していることを確認する。
 (4) プレッシャーホールド法

この方法は試験液と同様に透過膜に試験液を充填し、一次側と二次側に気体を存在せしめ、一次側の気体体積と圧力を一定にし試験液を充填した透過膜を通じて時間の経過とともに流れる液体の量に従って減少する一次側の気体の圧力を測定し、フィルターやフィルターカートリッジに存在する最大の孔や空隙の大きさが目的の微生物や微粒子の捕獲性を有していることを確認する。

フィルター及びフィルターカートリッジのユーザーは、上記三種の方法の中から、メーカーの推奨する方法に従い、完全性試験を実施していた。

< 発明が解決しようとする課題 >

しかしながら、捕獲すべき菌や微粒子を吸着してしまふような欠陥からの気体の流量が十分に小さい場合は、上記試験方法では欠陥の存在を見逃すおそれがあった。特に特開昭58-154051や特開昭62-270

05に記載されているが如き其方法を有する微孔性濾過膜では、孔径の大なる箇所を一次側として用いる場合は、一次側の気体の圧力を高くすれば高くするほどフィルターに保持される試験液の厚みが薄くなり結果として目詰りされるプレッシャーホールド法の圧力減少量や試験流量が大きく変動されるようになり、さらに欠陥の存在を見逃す確率が高くなる。

また、フィルターまたはフィルターカートリッジの漏れのばらつきや、膜の製造工程でのばらつきが大きい場合には、これら欠陥から流出する試験液が十分小さい場合には、そのばらつきの範囲内に試験液が隠れてしまう恐れがあった。

また、一般的には濾過作業は長時間に行うことが求められる。特に医薬品製造工程で用いられる時は濾過液の漏れ防止を防止するために長時間濾過を必要とする。このため試験期間の透過量を大きくするために透過面積の大きなフィルターないしはフィルターカートリッジが採用されて用いられる。しかし透過面積を大きくすると上記完全性試験において、検出すべき欠陥から流出する流量に対して、試験全体か

ら流出する試験液量の検や、プレッシャーホールド法が相対的に大きくなり、検出しにくくなる場合がある。

本発明はこの様な問題を解決する方法を提供するものである。すなわち本発明はフィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験において、フィルターおよびフィルターカートリッジの透過部分に存在する欠陥をより高精度に検出することを目的とするものである。

< 課題を解決するための手段 >

前記課題を顕著に解決した結果、上記何れの完全性試験方法でも検出が困難であった、検出すべき菌や微粒子を吸着してしまうような大きさの欠陥を検出するには、フィルターのバブルポイント法の90%以下の範囲で、二点以上の圧力における試験流量又はプレッシャーホールド法を測定し、その測定結果及び測定点間の差分値を検定値とするフィルターまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法によって検出されることを発見した。さらに詳細について以下に説明する。フィルター又はフィルターカー

トリッジに存在する欠陥の大きさ（半径 r ）と、欠陥に充填された試験液が吹き出る圧力 P の関係は、

$$r = 2 \sigma \cos \theta / P$$

上記の式に於いて、 σ ：試験液の表面張力
 θ ：試験液と膜の接触角を表す。

と表される。即ち、フィルター又はフィルターカートリッジに欠陥が存在した場合、ある特定の圧力 P で空気が吹き出す。また、欠陥から流出する空気量は、以下に示すようなハーゲンポアズイム式によって求められる。

$$Q_v = 15 \pi d^4 \Delta P / 32 \eta l$$

上記の式に於いて、 Q_v ：気体の流出速度 (ml/min)、 d ：欠陥の直径 (mm)、 ΔP ：差圧 (bar)、 l ：欠陥の長さ (m)
 η ：流出する気体の粘度 (mPa·sec) を示す。

本発明に於ける二点以上の測定圧力は、上記欠陥が含まれるような範囲に設定する。得られた測定値の差を、測定圧力の差で割ったものが、差分値となる。得られた差分値は、上記欠陥が存在したならば、

特開平3-110445(4)

通常よりも大きく観察されるはずである。

この改良した完全性試験法に適用できるフィルタカートリッジの種類は問わないがこの効果は顕著なのは組み込まれている膜面積が大きいものである。たとえば、1㎡から2.1㎡の有効膜面積を有するシングルオープンエンド型ダブルオープンエンドタイプのブリーフ型フィルタカートリッジや、0.05㎡から0.2㎡の有効膜面積を有する円盤膜型フィルタカートリッジをあげることができる。フィルタカートリッジに組み込まれている膜形状の構造にいずれのものでも本改良完全性試験を行うことができるが、本発明の効果は顕著なのは例えば、特開昭56-154051や特開昭62-27006に記載されているような膜形状を有する多孔性透過膜の如き試験圧力の増大に伴って膜に含まれる試験液の量が増え、結果として検出される試験液量や、プレッシャーホールド値が大きく検出されるような構造を持つものである。またこの発明に適用する試験法の種類は問わない。一般的には水ないし水イソプロピルアルコール、エタノール、メタノール等のアルコ

ールが使われるが、好ましくは水などの、比較的液体の粘度が低く、試験液が小さく、表面張力が高く、膜のバブルポイントが高く観察されるものが良い。

実施例

平均孔径が0.2μmのポリスルホン製微細透過膜（バブルポイント値5.5kgf/cm²）を0.2㎡超の公称円板膜型フィルタカートリッジⅠ及びフィルタカートリッジⅡの完全性試験を本発明の方法にしたがって実施した。試験圧力は2.5kgf/cm²、3.25kgf/cm²、4.0kgf/cm²で、試験液は水で、透過膜への試験液の充満は、フィルタカートリッジをフィルタヘウリングに装着し25℃の温水を一定流速で5分間透過することによって行った。その結果を第1及び第2図に示す。更にASTMに示される方法に基づいて透過フィルターの検出テストを行った結果について示した。（但し、試験液はPseudomonas diminuta ATCC 19146）

第1表

試験圧力 kgf/cm ²	サンプルⅠ		サンプルⅡ	
	試験液量の検分値 (ml/min)	試験液量の検分値 (ml·cm ² /kgf·min)	試験液量の検分値 (ml/min)	試験液量の検分値 (ml·cm ² /kgf·min)
2.5	4.8	—	4.3	—
3.25	7.2	3.2	7.6	4.4
4.0	9.6	3.2	10.0	3.2
検出結果	検出なし		検出する	

上記の結果、サンプルⅠでは、試験液量及び試験液量の検分値には異常は見られない。一方サンプルⅡでは、試験液量値には異常は見られないが、試験液量の検分値には3.25kgf/cm²の値に異常が見られる。また、検出結果から、サンプルⅡには欠陥が存在したことを裏付ける。カートリッジの分解の結果、サンプルⅡには微小な欠陥が存在することが判明した。

特許出願人 富士写真フイルム株式会社